

## 明 細 書

### 垂直磁気記録ディスク及びその製造方法

#### 技術分野

[0001] 本発明は垂直磁気記録方式のHDD（ハードディスクドライブ）等に搭載される垂直磁気記録ディスクに関する。

#### 背景技術

[0002] 近年の情報処理の大容量化に伴い、各種の情報記録技術が開発されている。特に磁気記録技術を用いたHDD（ハードディスクドライブ）の面記録密度は年率100%程度の割合で増加し続けている。最近では、HDD等に用いられる2.5インチ径磁気ディスクにして、1枚当り60Gバイトを超える情報記録容量が求められるようになってきており、このような所要に応えるためには1平方インチ当り100Gビットを超える情報記録密度を実現することが求められる。HDD等に用いられる磁気ディスクにおいて高記録密度を達成するためには、情報信号の記録を担う磁気記録層を構成する磁性結晶粒子を微細化すると共に、その層厚を低減していく必要があった。ところが、従来より商業化されている面内磁気記録方式（長手磁気記録方式、水平磁気記録方式とも呼称される）の磁気ディスクの場合、磁性結晶粒子の微細化が進展した結果、超常磁性現象により記録信号の熱的安定性が損なわれ、記録信号が消失してしまう、熱揺らぎ現象が発生するようになり、磁気ディスクの高記録密度化への阻害要因となっていた。

[0003] この阻害要因を解決するために、近年、垂直磁気記録方式用の磁気ディスクが提案されている。垂直磁気記録方式の場合では、面内磁気記録方式の場合とは異なり、磁気記録層の磁気容易軸は基板面に対して垂直方向に配向するよう調整されている。垂直磁気記録方式は面内記録方式に比べて、熱揺らぎ現象を抑制することができるので、高記録密度化に対して好適である。例えば、特開2002-92865号公報（特許文献1）では、基板上に下地層、Co系垂直磁気記録層、保護層をこの順で形成してなる垂直磁気記録媒体に関する技術が開示されている。また、米国特許第6468670号明細書（特許文献2）には、粒子性の記録層に交換結合した人口格子膜連続層（

交換結合層)を付着させた構造からなる垂直磁気記録媒体が開示されている。

[0004] 特許文献1:特開2 002-92865号公報

特許文献2:米国特許第646867 0号明細書

## 発明の開示

### 発明が解決しようとする課題

- [0005] 磁気ディスクの記録密度の向上は、主に、磁気記録層の磁気遷移領域ノイズの低減により行われる。ノイズ低減のためには、磁気記録層の結晶配向性の向上や結晶粒径および磁氣的相互作用の大きさを小さくする必要がある。すなわち、媒体の高記録密度化のためには、磁気記録層の結晶粒径を均一化、微細化し、しかも個々の磁性結晶粒子が磁氣的に分断された偏析状態とすることが望ましく、そのためには、磁気記録層の微細構造を適切に制御する必要がある。ところで、特許文献1に開示されているCo系垂直磁気記録層、中でもCoPt系垂直磁気記録層は、保磁力 $H_c$ が高く、磁気反転生成磁界 $H_n$ をゼロ未満の小さな値とすることができるので熱揺らぎに対する耐性を向上させることができ、また高いS/N比が得られるので好適である。さらに、この垂直磁気記録層にCr等の元素を含有させることにより、磁性結晶粒子の粒界部分にCrを偏析させることができるので、磁性結晶粒子間の交換相互作用を遮断して高記録密度化に資することができる。
- [0006] また、CoPt系垂直磁気記録層に $\text{SiO}_2$ やO等の酸化物を添加すると、CoPtのエピタキシャル成長を阻害することなく良好な偏析構造を形成することができる。つまり、粒界に $\text{SiO}_2$ やO等の酸化物が偏析し、磁気記録層の結晶粒子間の磁氣的相互作用を低減することができる。また、 $\text{SiO}_2$ やO等の酸化物の添加により結晶粒径を微細化することができる。結晶粒径や磁氣的相互作用の大きさは、粒界に偏析した $\text{SiO}_2$ 層の厚みや下地層の結晶粒径に影響される。磁気記録層に添加する $\text{SiO}_2$ 量を増加させると、微細化と磁氣的な分断が進み、高記録密度時のS/N比は向上する。これにより最大異方性エネルギー $K_u$ は、従来の $\text{SiO}_2$ が無添加である媒体に比べて2倍近く高くなった。このような磁気記録ディスクであれば、S/N比や熱安定性の問題が200~400 Gbit/inch<sup>2</sup>までは生じないことがわかった。

[0007] しかし、400Gbit/inch<sup>2</sup>以上に対応可能な媒体を目指すとき、 $\text{SiO}_2$ やO等の酸化物

を添加していくだけでは熱安定性や記録特性が良い媒体を作ることが困難であることがわかった。つまり、例えば $\text{SiO}_2$ 量を6原子%以上に増加させると、保持力 $H_0$ および垂直磁気異方性の劣化が生じることがわかった(図6参照)。図6は $\text{SiO}_2$ 量を増やしていったときの保持力 $H_c$ およびSNRとの関係を示している。図6によれば、 $\text{SiO}_2$ 量が増えるに従い $H_0$ が小さくなっていく。保持力 $H_0$ の減少によって、熱安定性の劣化やDCノイズの増大が起こると考えられる。一方で、本発明者らは、 $\text{SiO}_2$ 量を増やしていくと、微細化によりSNR(SN Ratio: 以下、SNとも呼ぶ。)が良好になっていることを発見した(図6参照)。尚、図6のSNRを示す縦軸は、適当な基準値を定めてその値との差分を目盛っている。図6の $\text{SiO}_2$ とSNとの関係によれば、6原子%以上の $\text{SiO}_2$ 量を添加すると、急激にSNが良くなっていることがわかる。このため、熱安定性を保ち、かつSNが良好となる6原子%以上の $\text{SiO}_2$ 量を添加した媒体が望まれる。

[0008] 上記要望に対して、磁気記録層中のPt量を増加させて異方性を増加させる方法も考えられるが、異方性の増加に伴い十分な記録ができなくなるれづ新たな問題も生じることがわかっている。特に100Gbit/inch<sup>2</sup>以上の記録密度領域においては、その狭トラック化に伴い磁気ヘッド自体の有する記録能力が著しく低下してくるため、磁気記録層側で記録能力を向上させるような改善が必要であり、これが新たな課題となってくる。

本発明はこのような従来並びに新たな課題を解決するものであって、本発明の目的は、DCノイズの増大、熱安定性の劣化、記録能力の劣化を起こさずに、高密度記録時のS/N比を向上させることにより高記録密度化に資することができる垂直磁気記録ディスク及びその製造方法を提供することにある。

#### 課題を解決するための手段

[0009] 本発明は、上記課題を解決するため、以下の構成を有するものである。

(構成1) 垂直磁気記録に用いる磁気ディスクであって、基板と、該基板上に形成されたグラニューラ構造を有する、酸化物または珪素(Si)または珪素(Si)の酸化物を含む強磁性層と、該強磁性層上にコバルト(Co)またはCo合金を含む第1層とパラジウム(Pd)または白金(Pt)を含む第2層との積層とを有することを特徴とする垂直磁気記録ディスク。

(構成2) 前記強磁性層は、コバルト(Co)を主体とする結晶粒子と、酸化物または珪素(Si)または珪素(Si)酸化物を主体とする粒界面を有することを特徴とする構成1に記載の垂直磁気記録ディスク。

(構成3) 前記強磁性層中の珪素(Si)の含有量が、6原子%以上であることを特徴とする構成1または2に記載の垂直磁気記録ディスク。

(構成4) 前記強磁性層中の珪素(Si)の含有量が、8原子%～15原子%であることを特徴とする構成1または2に記載の垂直磁気記録ディスク。

(構成5) 前記強磁性層と前記積層との間に、スペーサ層を有することを特徴とする構成1～4のいずれかに記載の垂直磁気記録ディスク。

(構成6) 基板上に少なくとも磁気記録層を備え、垂直磁気記録に用いる磁気ディスクの製造方法であって、基板上にコバルト(Co)を含有する結晶粒子の間に珪素(Si)もしくは珪素(Si)の酸化物を含むグラニューラー構造の強磁性層と、CoまたはCo合金を含む第1層とパラジウム(Pd)または白金(Pt)を含む第2層との積層とから構成される磁気記録層を形成する工程において、基板上に前記強磁性層をアルゴンガス雰囲気中でスパッタリング成膜した後、前記積層をアルゴンガス雰囲気中において前記強磁性層成膜時のガス圧よりも低いガス圧でスパッタリング成膜することを特徴とする垂直磁気記録ディスクの製造方法。

[0010] 構成1のように、本発明の垂直磁気記録ディスクにおいて、磁気記録層は少なくとも、基板上に形成されたグラニューラー構造を有する、酸化物または珪素(Si)または珪素(Si)の酸化物を含む強磁性層と、該強磁性層上にCoまたはCo合金を含む第1層とPdまたはPtを含む第2層との積層とを有する。

[0011] 上記強磁性層を構成するCo系磁性材料としては、特にCoPt系又はCoPtCr系磁性材料が好ましい。CoPt系又はCoPtCr系磁性材料は、保磁力 $H_c$ が高く、磁反転生成磁界 $H_n$ をゼロ未満の小さな値とすることができるので熱揺らぎに対する耐性を向上させることができ、高いS/N比が得られるので好適である。CoPt系又はCoPtCr系磁性材料に珪素(Si)等の元素や酸化物を含有させることにより、磁性結晶粒子の粒界面部分にSi等や酸化物を偏析させることができるので、磁性結晶粒子間の交換相互作用を低減して媒体ノイズを低減させると共に高記録密度時のS/N比を向上させること

ができる。なお、CoPt系又はCoPtCr系磁性材料にSiを単体として添加するだけでなく、酸化物や $\text{SiO}_2$ 等のSiの酸化物として添加してもよい。 $\text{SiO}_2$ 等のSiの酸化物として添加すると、粒界にSiの酸化物が偏析し、磁気記録層の結晶粒子間の磁氣的相互作用を低減して媒体ノイズを低減させると共に高記録密度時のS/N比を向上させることができる。

- [0012] また、CoPt系又はCoPtCr系磁性材料にSi又はSiの酸化物を添加すると結晶粒径を微細化することができる。ところが、Si又はSiの酸化物の添加量が多いと結晶粒子が小さくなりすぎて熱揺らぎが大きくなるといふ問題が発生するため、従来では例えばSiの酸化物の添加量を5原子%以下に抑えていた。そのため、高記録密度化にも自ずと限界があった。これに対し、本発明では、Si又はSiの酸化物の添加量を多くしても、酸化物または珪素(Si)または珪素(Si)の酸化物を含む強磁性層と、該強磁性層上にCoまたはCo合金を含む第1層とPdまたはPtを含む第2層との積層により熱安定性の劣化を防止することができるので、熱安定性の劣化を起こさずに高記録密度化に資することが出来る。
- [0013] 構成2にあるように、本発明において、強磁性層はCoを主体とする結晶粒子と、酸化物または珪素(Si)または珪素(Si)酸化物を主体とする粒界部を有する。微細化された結晶粒子間を磁氣的に遮蔽することが可能となる。
- [0014] 構成3,4にあるように、前記強磁性層中の珪素(Si)の含有量が6原子%以上、より好ましくは8原子%～15原子%である。強磁性層中の珪素(Si)の含有量が6原子%以上であれば、SNが急激に向上するが、以下の理由から8原子%～15原子%が好ましい。8原子%より含有量が少ないと媒体ノイズを低減させる効果が小さく、かつ高記録密度時のS/N比を充分に向上させることができない。また15原子%より含有量が多いと垂直磁気異方性の劣化が起りはじめ、それに伴い高記録密度時の熱安定性の劣化やDCノイズの増大が起る。同様な理由から、特に好ましくは10～15原子%、更に好ましくは12～15原子%である。本発明では、前記強磁性層は、Coを含有する磁性結晶粒子の間にSi又はその酸化物を含むグラニューラー構造である。また、この強磁性層の膜厚は、20nm以下が好ましい。望ましくは、8～16nmの範囲が好適である。

- [0015] 前記積層は、前記強磁性層と隣接し、或いはスペーサ層を介して、強磁性層と磁気的な結合をすると共に互いの層における磁化容易軸方向を略同一方向に揃える機能を有する。該積層は、層内において結晶粒子が磁気的に結合している。前記積層は、Co系磁性材料からなる強磁性層に対しては、具体的には、コバルト(Co) 若しくはその合金とパラジウム(Pd) との交互積層膜、又は、コバルト(Co) 若しくはその合金と白金(Pt) との交互積層膜からなることが好適である。このような材料からなる交互積層膜は磁気的な $K_u$ が大きいので、該積層にできる磁壁幅を薄くすることができる。その膜厚は、1~8nmが好ましい。望ましくは、2~5nmが好適である。なお、積層の材料は、上記多層膜のほかに、Pt含有量の多いCoCrPtや、CoPt、CoPd、FePt、CoPt<sub>3</sub>、CoPd<sub>3</sub> を用いても同様の効果が得られる。
- [0016] また、交換結合による好適な垂直磁気記録特性を発揮するには、前記強磁性層の膜厚を増加させた場合は、前記積層の膜厚を増加させ、かつ、前記強磁性層の膜厚を減少させた場合は、前記積層の膜厚を減少させ、両層を好適な膜厚比に設定する必要がある。前記強磁性層の膜厚をA、前記交換エネルギーの制御層の膜厚をBとした場合、A/B(B分のA)は2~5の範囲が好ましい。望ましくは3~4が好適である。また、構成5にあるように、前記強磁性層と前記積層との間に、スペーサ層を有することが好適である。スペーサ層を設けることにより、前記強磁性層と前記積層との間の交換結合を好適に制御することができる。スペーサ層としては、例えば、積層に応じてPd層またはPt層が好適に用いられる。積層にPd層を使用する場合には、スペーサ層にもPd層を用いる。製造装置の制約上、同じ組成を使用することが経済的に好ましいためである。スペーサ層の膜厚は、2nm以下であることが好ましく、望ましくは、0.5~1.5nmの範囲である。
- [0017] なお、前記強磁性層と積層とは隣接して、或いは上記スペーサ層を介して配置されるが、HDI(Head Disk Interface)の観点から、基板からみて積層を強磁性層の上方に配置する場合が好ましい。また、前記強磁性層は単層に限らず複数層で構成されてもよい。この場合、Si又はSiの酸化物を含有するCo系磁性層同士を組み合わせてもよいし、Si又はSiの酸化物を含有するCo系磁性層とSi又はSiの酸化物を含まないCo系磁性層を組み合わせてもよい。なお、積層と隣接する側にはSi又はSiの酸化物

を含有するCo系磁性層を配置することが好ましい。本発明の垂直磁気記録層の形成方法としては、スパッタリング法で成膜することが好ましい。特にDCマグネトロンスパッタリング法で形成すると均一な成膜が可能となるので好ましい。

[0018] 構成6にあるように、基板上に、前記強磁性層と、前記積層とから構成される垂直磁気記録層を形成するに際し、基板上に前記強磁性層をアルゴンガス雰囲気中でスパッタリング成膜した後、前記積層をアルゴンガス雰囲気中において前記強磁性層成膜時のガス圧よりも低いガス圧でスパッタリング成膜することが望ましい。上記強磁性層は、高いガス圧で成膜する必要がある。この理由は、媒体ノイズを低減させるために上記強磁性層における磁気的な粒子サイズを小さくし、かつCo含有の磁性結晶粒子の間にS<sub>2</sub>またはSiの酸化物を均一の厚さで粒界偏析させることができるからである。これに対し、上記積層は低いガス圧で成膜する必要がある。この理由は、隣接して強磁性層がなければ、磁壁が自由に動くように、どこでも強磁性層の磁気的な粒子からのピンング力で磁壁(磁化転移点)を固定するために、上記積層を磁気的に一様にする必要があり、そのためには低いガス圧で成膜することが好適である。この場合、積層を、例えばガス圧が1〜10mTorrの範囲内でスパッタリング成膜することが好ましい。なお、上記強磁性層はガス圧30mTorr以上でスパッタリング成膜することが好ましい。

[0019] 本発明の垂直磁気記録ディスクは、基板上に少なくとも、上述の垂直磁気記録層を備えるが、この他に各種の機能層を設けることが好ましい。本発明において、基板上に、垂直磁気記録層の磁気回路を好適に調整するための軟磁性層を設けてもよい。本発明において、軟磁性層は、軟磁気特性を示す磁性体により形成されていれば特に制限はないが、例えば、保磁力(H<sub>c</sub>)で0.01〜80エルステッド、好ましくは0.01〜50エルステッドの磁気特性であることが好ましい。また、飽和磁束密度(B<sub>s</sub>)は500emu/cc〜1920emu/ccの磁気特性であることが好ましい。軟磁性層と材料としては、Fe系、Co系などが挙げられる。例えば、FeTaC系合金、FeTaN系合金、FeNi系合金、FeCoB系合金、FeCo系合金などのFe系軟磁性材料、CoTaZr系合金、CoNbZr系合金などのCo系軟磁性材料、或いはFeCo系合金軟磁性材料等を用いることができる。

[0020] 本発明において、軟磁性層の膜厚は30nm〜1000nm、望ましくは50nm〜200nmで

あることが好ましい。30nm未満では、磁気ヘッド垂直磁気記録層-軟磁性層間に好適な磁気回路を形成することが困難になる場合があり、1000nmを超えると表面粗さが増加する場合がある。また、1000nmを超えるとスパッタリング成膜が困難となる場合がある。本発明において、基板上に、垂直磁気記録層の結晶配向を基板面に対して垂直方向に配向させるための非磁性下地層を設けることが好ましい。非磁性下地層の材料としては、Ti系合金が好ましい。Ti系合金の場合、hcp結晶構造を備えるCoPt系垂直磁気記録層の結晶軸(c軸)を垂直方向に配向するよう制御する作用が高く好適である。Ti系合金からなる非磁性下地層としては、Tiの他、TiCr系合金、TiC<sub>0</sub>系合金等が挙げられる。このような非磁性下地層の膜厚は2nm〜30nmが好適である。下地層の膜厚が2nm未満の場合、垂直磁気記録層の結晶軸を制御する作用が不十分であり、また30nmを越えると、垂直磁気記録層を構成する磁性結晶粒子のサイズが増大し、ノイズを増大させるため好ましくない。

[0021] 本発明において、基板は、軟磁性層の磁区制御のために、磁場中アニールが必要な場合は、ガラスであることが好ましい。ガラス基板は耐熱性に優れるので、基板の加熱温度を高くすることができる。基板用ガラスとしては、アルミノシリケートガラス、アルミノボロシリケートガラス、ソーダタイムガラス等が挙げられるが、中でもアルミノシリケートガラスが好適である。また、アモルファスガラス、結晶化ガラスを用いることができる。軟磁性層をアモルファスとする場合にあっては、基板をアモルファスガラスとすると好ましい。なお、強度強化したガラスを用いると、剛性が高く好ましい。本発明において、基板主表面の表面粗さはR<sub>max</sub>で6nm以下、R<sub>a</sub>で0.6nm以下であることが好ましい。このような平滑表面とすることにより、垂直磁気記録層-軟磁性層間の間隙を一定にすることができるので、磁気ヘッド垂直磁気記録層-軟磁性層間に好適な磁気回路を形成することができる。

[0022] 本発明においては、基板と軟磁性層との間に、付着層を形成することも好ましい。付着層を形成することにより、基板と軟磁性層との間の付着性を向上させることができるので、軟磁性層の剥離を防止することができる。付着層の材料としては、例えばTi含有材料を用いることができる。実用上の観点からは付着層の膜厚は、1nm〜50nmとすることが好ましい。本発明の垂直磁気記録ディスクにあっては、前記垂直磁気記



録層の上に、保護層を設けることが好適である。保護層を設けることにより、磁気ディスク上を浮上飛行する磁気記録ヘッドから磁気ディスク表面を保護することができる。保護層の材料としては、たとえば炭素系保護層が好適である。また、保護層の膜厚は3nm～7nm程度が好適である。

- [0023] また、前記保護層上に、更に潤滑層を設けることが好ましい。潤滑層を設けることにより、磁気ヘッドと磁気ディスク間の磨耗を抑止でき、磁気ディスクの耐久性を向上させることができる。潤滑層の材料としては、たとえばPFPE（パーフロロポリエーテル）が好ましい。また、潤滑層の膜厚は0.5nm～1.5nm程度が好適である。なお、前記軟磁性層、下地層、付着層と保護層についてもスパッタリング法で成膜することが好ましい。特にDCマグネトロンスパッタリング法で形成すると均一な成膜が可能となるので好ましい。インライン型成膜方法を用いることも好ましい。また、前記潤滑層は、例えばディップコート法で形成することが好ましい。

#### 発明の効果

- [0024] 本発明によれば、DCノイズの増大、熱安定性の劣化、記録能力の劣化を起こさずに、高密度記録時のS/N比を向上させることにより高記録密度化に資することができる垂直磁気記録ディスク及びその製造方法を提供することができる。

#### 発明を実施するための最良の形態

- [0025] 本発明になる垂直磁気記録ディスクの一実施の形態を図1に掲げる。図1によれば、本発明の垂直磁気記録ディスク10の一実施の形態は、ガラス基板1上に順に、付着層2、軟磁性層3、第1下地層4a、第2下地層4b、強磁性層5、スペーサ層6、積層7、炭素系保護層8、及び潤滑層9を備えた構成である。以下実施例、比較例を挙げて、本発明を詳細に説明する。

- [0026] (実施例1)

アモルファスのアルミノシリケートガラスをダイレクトプレスで円盤状に成型し、ガラスディスクを作成した。このガラスディスクに研削、研磨、化学強化を順次施し、化学強化ガラスディスクからなる平滑な非磁性ガラス基板1を得た。ディスク直径は65mmである。このガラス基板1の主表面の表面粗さをAFM（原子間力顕微鏡）で測定したところ、Rmaxが4.8nm、Raが0.42nmとれ平滑な表面形状であった。なお、Rmax及びRa

は、日本工業規格 (JIS) に従う。次に、得られたガラス基板1上に、真空引きを行なった成膜装置を用いて、DCマグネトロンスパッタリング法にて、Ar雰囲気中で、付着層2、軟磁性層3を順次成膜した。このとき、付着層2は、膜厚20nmのTi層となるように、Tiターゲットを用いて成膜した。また、軟磁性層3は、膜厚200nmのアモルファスCoTaZr (Co:88at%、Ta:7.0at%、Zr:4.8at%)層となるように、CoTaZrターゲットを用いて成膜した。

[007] こうして軟磁性層3までの成膜を終えた垂直磁気記録ディスク用基板を成膜装置から取り出した。得られた軟磁性層3までの成膜を終えた垂直磁気記録ディスク用基板の表面粗さをAFMで同様に測定したところ、Rmaxが5.1nm、Raが0.48nmとほぼ平滑な表面形状であった。さらに、VSM (Vibrating Sample Magnetometer: 振動試料型磁気測定装置) で上記基板の磁気特性を測定したところ、保磁力 (Hc) は2エルステッド、飽和磁束密度は810emu/ccであり、好適な軟磁性特性を示していた。Rmaxが5.5nm以下、および/またはRaが0.5nm以下とほぼ平滑な表面形状を有する軟磁性層3に下地層、垂直磁気記録層が形成されているため、ノイズの低減に好適である。次に、得られた上記基板上に、真空引きを行なった枚葉・静止対向型成膜装置を用いて、DCマグネトロンスパッタリング法にて、Ar雰囲気中で、第1下地層4a、第2下地層4b、強磁性層5、スペーサ層6、積層7、及び炭素系保護層8を順次成膜した。

[008] 軟磁性層3までの成膜を終えた上記基板上に、まず、アモルファスのNiTa (Ni:45at%、Ta:55at%) からなる10nm厚の第1下地層4aと、Ruからなる30nm厚の第2下地層4bを形成した。なお、ここでRuからなる層を2層としてもよい。すなわち、上層側Ruを形成する際に、下層側Ruを形成するときのぬガスのガス圧よりも高いガス圧で形成することで、結晶配向性を改善することができる。

[009] 次に、SiO<sub>2</sub>を含有するCoCrPtからなる硬磁性体のターゲットを用いて、15nmのhcp結晶構造からなる強磁性層5を形成した。該強磁性層5を形成するためのターゲットの組成は、Co:62at%、Cr:10at%、Pt:16at%、SiO<sub>2</sub>:12at%である。なお、強磁性層5はガス圧30mTorrで成膜した。次いで、Pdからなる0.8nm厚のスペーサ層6を形成した。さらに、CoBとPdとの交互積層膜からなる積層7を形成した。まず、CoBを0.3nm成膜し、その上にPdを0.8nm成膜した。従って、この積層6の総厚は1.2nmであ

る。なお、積層7は上記強磁性層5成膜時のガス圧よりも低いガス圧10mTorrで成膜した。

- [0030] 次に、Arに水素を18体積%含有させた混合ガスを用いて、カーボンターゲットをスパッタリングすることにより、水素化カーボンからなる炭素系保護層8を形成した。炭素系保護層8の膜厚は4.5nmである。水素と炭素とすることで、膜硬度が向上するので、磁気ヘッドからの衝撃に対して垂直磁気記録層を防護することができる。この後、PFPE（パーフロロポリエーテル）からなる潤滑層9をディップコート法により形成した。潤滑層9の膜厚は1nmである。

以上の製造工程により、本実施例の垂直磁気記録ディスクが得られた。得られた垂直磁気記録ディスクの表面粗さをAFMで同様に測定したところ、 $R_{max}$ が4.53nm、 $R_a$ が0.40nmと非常に平滑な表面形状であった。スペーサ層6と積層7を形成することで表面粗さ $R_{max}$ 、 $R_a$ が改善される。この粗さの改善は、積層7のCoBとPdの周期を増やすとより改善される。これにより、グライド(Glide)特性、浮上特性が改善され、保護膜厚を小さくできるれば新たな効果もある。

- [0031] 得られた垂直磁気記録ディスクにおける垂直磁気記録層（強磁性層5とスペーサ層6と積層7を併せて垂直磁気記録層と呼ぶ。以下同様。）の配向性をX線回折法にて分析したところ、hcp（六方細密充填）結晶構造のc軸がディスク面に対して垂直方向に配向していた。また、得られた垂直磁気記録ディスクにおける強磁性層5を透過型電子顕微鏡（TEM）を利用して詳細に分析したところ、グラニュー構造を備えていた。具体的には、Coを含有するhcp結晶構造の結晶粒子の間に、Siの酸化物からなる粒界部分が形成されていることを確認した。この分析から約6nmの磁気粒子と約2nmの非磁性体からなる境界領域から形成されていることがわかった。一方、グラニュー構造となっている強磁性層5の上の層である積層7をTEMで詳細に分析したところ、グラニュー構造とはなっていなかった。これは、積層7層が磁氣的に連続に近い構造からできていることを示している。つまり、グラニュー構造の強磁性層5の磁性粒子が、積層7を介して磁氣的に結合されていることを示している。これにより熱安定性が向上していると考えられる。

- [0032] （実施例2）

実施例1における積層7を、CoBとPdの2周期の交互積層膜としたこと以外は、実施例1と同様にして垂直磁気記録ディスクを得た(実施例2)。本実施例の垂直磁気記録ディスクにおける積層7の総厚は2.4nmである。得られた垂直磁気記録ディスクにおける垂直磁気記録層の配向性をX線回折法にて分析したところ、実施例1と同様にhcp(六方細密充填)結晶構造のc軸がディスク面に対して垂直方向に配向していた。また、得られた垂直磁気記録ディスクにおける強磁性層5を透過型電子顕微鏡(TEM)を利用して詳細に分析したところ、実施例1と同様にグラニュー構造を備えていた。具体的には、Coを含有するhcp結晶構造の結晶粒子の間に、Siの酸化物からなる粒界部分が形成されていることを確認した。

[0033] (実施例3)

実施例1における積層7を、CoBとPdの5周期の交互積層膜としたこと以外は、実施例1と同様にして垂直磁気記録ディスクを得た(実施例3)。本実施例の垂直磁気記録ディスクにおける積層7の総厚は6.0nmである。得られた垂直磁気記録ディスクにおける垂直磁気記録層の配向性をX線回折法にて分析したところ、実施例1と同様にhcp(六方細密充填)結晶構造のc軸がディスク面に対して垂直方向に配向していた。また、得られた垂直磁気記録ディスクにおける強磁性層5を透過型電子顕微鏡(TEM)を利用して詳細に分析したところ、実施例1と同様にグラニュー構造を備えていた。具体的には、Coを含有するhcp結晶構造の結晶粒子の間に、Siの酸化物からなる粒界部分が形成されていることを確認した。

[0034] (比較例1)

実施例1において、強磁性層5を、 $\text{SiO}_2$ を含有するCoCrPtからなる硬磁性体のターゲット(Co:62at%、Cr:10at%、Pt:16at%、 $\text{SiO}_2$ :12at%)を用いて、15nm厚で形成した。また、この強磁性層5上に、スペーサ層6及び積層7は形成せずに、炭素系保護層8及び潤滑層9を形成した。これらの点以外は、実施例1と同様にして垂直磁気記録ディスクを得た。得られた垂直磁気記録ディスクの表面粗さをAFMで測定したところ、 $R_{\text{max}}$ が6.26nm、 $R_a$ が0.48nmと粗い表面形状であった。これは上述したスペーサ層6及び積層7を形成した垂直磁気記録ディスクに比べて粗い表面となっている。さらに、得られた垂直磁気記録ディスクにおける強磁性層5の配向性をX線回折法にて

分析したところ、hcp(六方細密充填)結晶構造のc軸がディスク面に対して垂直方向に配向していた。また、得られた垂直磁気記録ディスクにおける強磁性層5を透過型電子顕微鏡(TEM)を利用して詳細に分析したところ、グラニュー構造を備えていた。具体的には、Coを含有するhcp結晶構造の結晶粒子の間に、Siの酸化物からなる粒界部分が形成されていることを確認した。

[0035] (比較例2)

実施例1において、強磁性層5を、CoCrPtからなる硬磁性体のターゲット(Co:70at%, Cr:18at%, Pt:12at%)を用いて、15nm厚で形成した。この点以外は、実施例1と同様にして垂直磁気記録ディスクを得た。得られた垂直磁気記録ディスクにおける垂直磁気記録層の配向性をX線回折法にて分析したところ、hcp(六方細密充填)結晶構造のc軸がディスク面に対して垂直方向に配向していた。

[0036] 得られた実施例及び比較例の垂直磁気記録ディスクの静磁気特性をVSMと極カーループトレーサーで評価した。図3は、VSMで測定したMH曲線を示したもので、積層の膜厚を、多層膜[CoB/Pd]<sub>n</sub>におけるnを増加させることによって変えたものである。従って、n=1(実施例1)、n=2(実施例2)、n=5(実施例3)、n=0(比較例1)である。尚、図2はMH曲線における磁化反転核生成磁界(H<sub>n</sub>)と飽和磁界(H<sub>s</sub>)を示している。即ち磁化反転核生成磁界(H<sub>n</sub>)は、飽和磁化を示す線の接線と、傾いている線の接線とが交わる点を横軸に下したところの数値である。また飽和磁界(H<sub>s</sub>)は、ヒステリシスループが交わる点を横軸に下したところの数値である。

図3より、積層の膜厚増加により、磁化反転核生成磁界(H<sub>n</sub>)が増加し、飽和磁界(H<sub>s</sub>)が減少していくことが分かる。これは、垂直磁気記録層を、強磁性層5、スペーサ層6、及び積層7の積層構造とすることにより、熱安定性が向上すると同時に記録しやすくなることを示唆している。なお、n=5において、H<sub>n</sub>が減少しているのは、H<sub>c</sub>の減少による影響と考えられる。また、下記表1は、各実施例及び比較例の垂直磁気記録ディスクの静磁気特性、電磁変換特性の評価結果をまとめて示したものである。なお、表1では、外部磁界をプラスの飽和磁界からマイナス方向へ印加していった時に現れるH<sub>n</sub>の数値(マイナスの値)の絶対値を取っている。

[0037] [表1]

表 1	He (Oe)	Mr/M <sub>S</sub>	H <sub>n</sub> (Oe)	測 (代)	S/N(DC) (胡)	S/N(MF) (dB)
実施例 1	3900	1.000	200	29.5	26.0	22.0
実施例 2	4010	1.000	1740	34.6	28.1	22.2
実施例 3	3780	1.000	1600	49.3	32.0	23.5
比較例 1	2900	1.000	500	28.0	25.0	15.0
比較例 2	3882	0.989	100	27.4	24.2	21.5

[0038] 表1より、極カーループトレーサーで測定した磁気反転核生成磁界(H<sub>n</sub>)は、本発明の実施例に係る垂直磁気記録ディスクによれば、比較例2のような垂直磁気記録層を、強磁性層5、スペーサ層6及び積層7の積層構造としているが磁気記録層にSiまたはSiの酸化物を含有しない特許文献2で示されるような従来型の垂直磁気記録ディスクと比較して、約100から1600エルステッド(Oe)大きくなること分かる。また、電磁変換特性を測定したところ、オーバーライト特性(O/W)は、比較例1及び2と比べると、実施例1では1.5〜1.1dB、実施例2では6.6〜7.2dB、実施例3で21.3〜21.9dBと大きく改善される。また、S/N(DC)は、比較例1及び2と比べると、実施例1では1.0〜1.8dB、実施例2では3.1〜3.8dB、実施例3で7.0〜7.8dBと大きく改善される。また、S/N(MF)は、比較例2と比べると、実施例1では0.5dB、実施例2では0.7dB、実施例3で2.0dB改善され、比較例1と比べると実施例1では7.0dB、実施例2では7.2dB、実施例3で8.5dB改善される。さらに、100Gbit/inch<sup>2</sup>の記録密度が達成できる条件で、エラーレート測定した結果、約1〜2桁の向上が得られた。この値は本発明によれば比較例1及び2のような従来型の媒体に比べて約2〜3倍の記録密度が達成できることを示唆している。

[0039] なお、電磁変換特性は以下のようにして測定した。

R/Wアナライザー(DECO)と、記録側がSPT素子、再生側がGMR素子を備える垂直磁気記録方式用磁気ヘッドを用いて測定した。このとき、磁気ヘッドの浮上量は10nmであった。

S/N(DC)、S/N(MF)及びオーバーライト特性(O/W)の測定方法は以下のとおりである。

最高記録密度 (1F) を 96 kfc/i として、S/N 比は、S/N(DC) と S/N(MF) の測定を行った。S/N(DC) は、24F 記録密度 (4 kfc/i) で垂直磁気記録媒体上にキャリア信号記録した後に、DC 周波数領域から 1F の 1.2 倍の周波数領域までの媒体ノイズをスペクトロアナライザーを用いて観測し算出した。また、S/N(MF) は、2F 記録密度 (48 kfc/i) で垂直磁気記録媒体上にキャリア信号記録した後に、DC 周波数領域から 1F の 1.2 倍の周波数領域までの媒体ノイズをスペクトロアナライザーを用いて観測し算出した。さらに、オーバーライト特性は、24F (4 kfc/i) 記録密度で垂直磁気記録媒体上にキャリア信号記録した後に、1F 記録密度 (96 kfc/i) でキャリアを上書きし、元々の 24F (4 kfc/i) 記録密度のキャリア再生出力と、1F 上書き後の 12F キャリアの残存再生出力を測定して求めた。

[0040] 次に、実施例 3 (積層 7 として、CoB と Pd の 5 周期の交互積層膜とした媒体) と比較例 1 (スペーサ層 6 及び積層 7 が無い媒体) についての熱安定性についての評価を示す。熱安定性の評価は、磁気ディスクに信号を記録し、所定の時間経過した後に再生出力を確認することで行った。これにより、時間経過による信号の消滅率を測ることで、熱安定性を評価する。

[0041] 図 4 は、経過時間と記録直後の再生出力に対する比の関係を示す図である。□ でプロットしたものが本発明に係る実施例 3 の結果であり、● でプロットしたものが比較例 1 の結果である。図 4 で示すように、スペーサ層 6 及び積層 7 が無い媒体である比較例 1 の磁気ディスクでは、時間が経過するに従って、再生出力が弱まっていることがわかる。一方、本発明に係る実施例 3 の磁気ディスクでは、ほとんど弱まることなく、熱安定性が良好であることがわかる。

[0042] 次に、上述したように、SN が良好となった原因を調査するために、 $\Delta H_c$  の測定を行った。 $\Delta H_c$  は、マイナーループでの飽和磁化  $M_s$  の半分の位置での  $H$  の値と、ヒステリシス曲線での飽和磁化  $M_s$  の半分の位置での  $H$  の値の差である。He で規格化したものを磁気粒子の保持力分散を見る指標として用いる。 $\Delta H_c / H_c$  という値を用いることで、仮想的な粒子の均一性と磁氣的な均一性を評価することが可能となる。ここで、マイナーループとは、飽和する前に磁場をゼロにすることによってマイナーループを描かせた曲線を示す。図 5 (a) および同図 (b) では、複数回繰り返して描かせた曲線

の中から平均的な線を取っている。

- [0043] 図5(a) および同図(b) はそれぞれ、比較例1の磁気ディスクと本発明の実施例3に係る磁気ディスクのマイナーループとヒステリシス曲線を描いたものである。同図(a) に示した比較例1に関して  $AH_c/H_c$  を見ると、0.26であった。一方、同図(b) に示した実施例3に関する  $AH_c/H_c$  は0.15と小さくなっており、スペーサ層6及び積層7を形成することにより、磁気粒子の保持力分散を小さくすることが可能であることがわかった。これによりSNが良好になっていると考えられる。

#### 図面の簡単な説明

- [0044] [図1]本発明の一実施形態に係る垂直磁気記録ディスクの断面模式図である。  
[図2]MH曲線における磁化反転核生成磁界( $H_n$ )と飽和磁界( $H_s$ )を示す図である。  
[図3]実施例及び比較例におけるMH曲線図である。  
[図4]経過時間と記録直後の再生出力に対する比の関係を示す図である。  
[図5]比較例の磁気ディスクと本発明に係る磁気ディスクのマイナーループとヒステリシス曲線を描いた図である。  
[図6] $SiO_2$ 量を増やしていったときの保持力 $H_c$ およびSNRとの関係を示す図である。

#### 符号の説明

- [0045] 1 ガラス基板  
2 付着層  
3 軟磁性層  
4a 第1下地層  
4b 第2下地層  
5 強磁性層  
6 スペーサ層  
7 積層  
8 炭素系保護層  
9 潤滑層  
10 垂直磁気記録ディスク

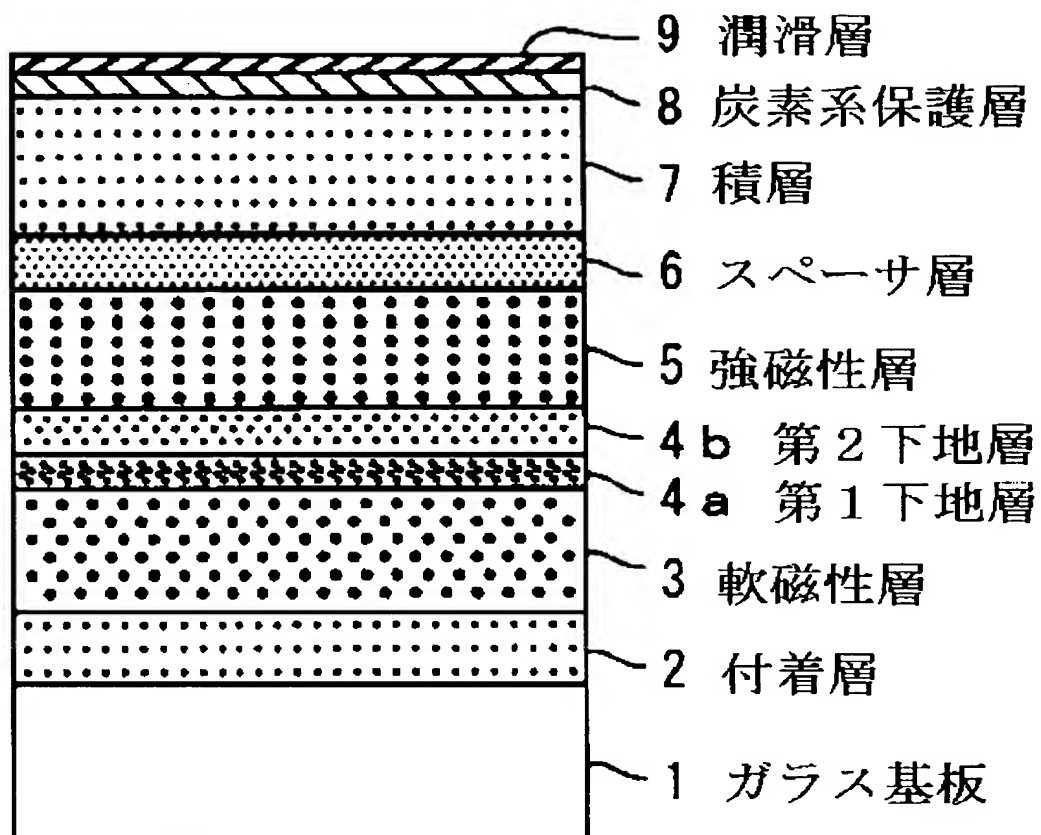


## 請求の範囲

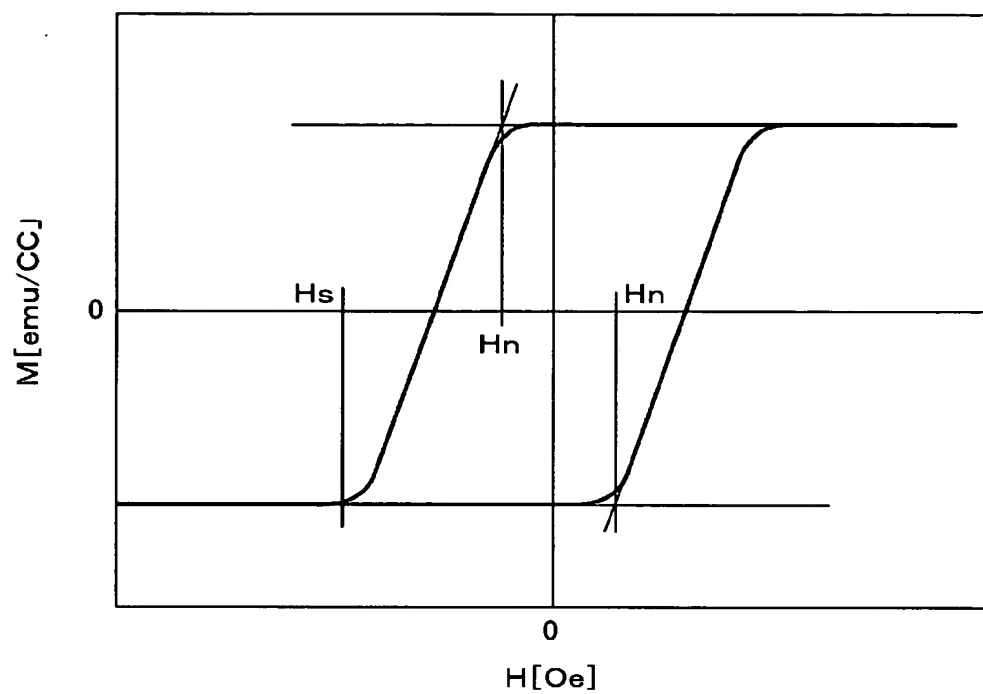
- [1] 垂直磁気記録に用いる磁気ディスクであって、  
基板と、該基板上に形成されたグラニューラー構造を有する、酸化物または珪素 (Si) または珪素 (Si) の酸化物を含む強磁性層と、該強磁性層上にコバルト (Co) または Co 合金を含む第1層とパラジウム (Pd) または白金 (Pt) を含む第2層との積層とを有することを特徴とする垂直磁気記録ディスク。
- [2] 前記強磁性層は、コバルト (Co) を主体とする結晶粒子と、酸化物または珪素 (Si) または珪素 (Si) 酸化物を主体とする粒界部を有することを特徴とする請求項1に記載の垂直磁気記録ディスク。
- [3] 前記強磁性層中の珪素 (Si) の含有量が、6原子%以上であることを特徴とする請求項1または2に記載の垂直磁気記録ディスク。
- [4] 前記強磁性層中の珪素 (Si) の含有量が、8原子% ~15原子%であることを特徴とする請求項1または2に記載の垂直磁気記録ディスク。
- [5] 前記強磁性層と前記積層との間に、スペーサ層を有することを特徴とする請求項1乃至4のいずれかに記載の垂直磁気記録ディスク。
- [6] 基板上に少なくとも磁気記録層を備え、垂直磁気記録に用いる磁気ディスクの製造方法であって、  
基板上にコバルト (Co) を含有する結晶粒子の間に珪素 (Si) もしくは珪素 (Si) の酸化物を含むグラニューラー構造の強磁性層と、CoまたはCo合金を含む第1層とパラジウム (Pd) または白金 (Pt) を含む第2層との積層とから構成される磁気記録層を形成する工程において、基板上に前記強磁性層をアルゴンガス雰囲気中でスパッタリング成膜した後、前記積層をアルゴンガス雰囲気中において前記強磁性層成膜時のガス圧よりも低いガス圧でスパッタリング成膜することを特徴とする垂直磁気記録ディスクの製造方法。

[図1]

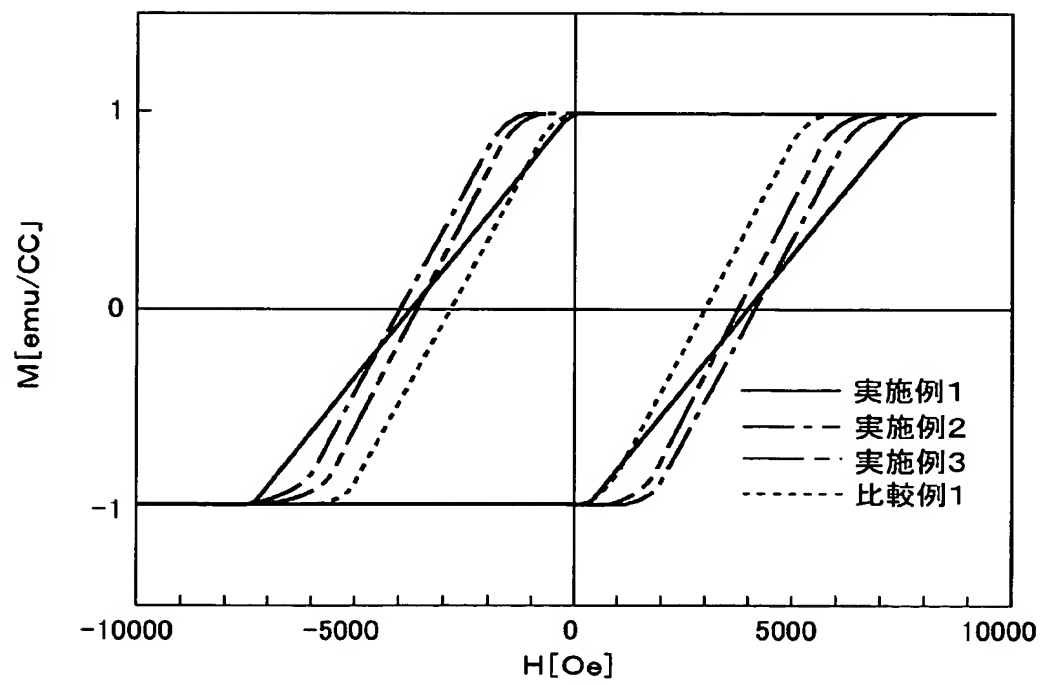
# 10 垂直磁気記録ディスク



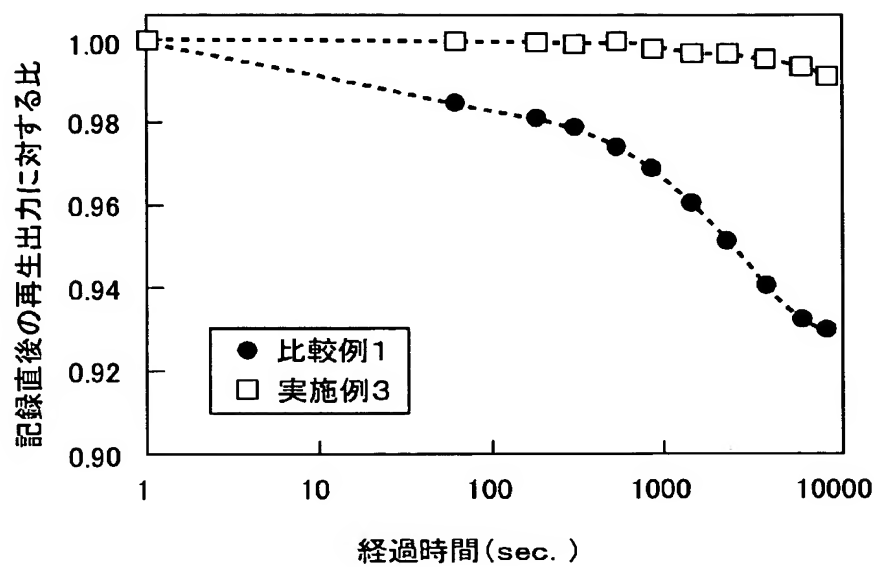
[図2]



[図3]

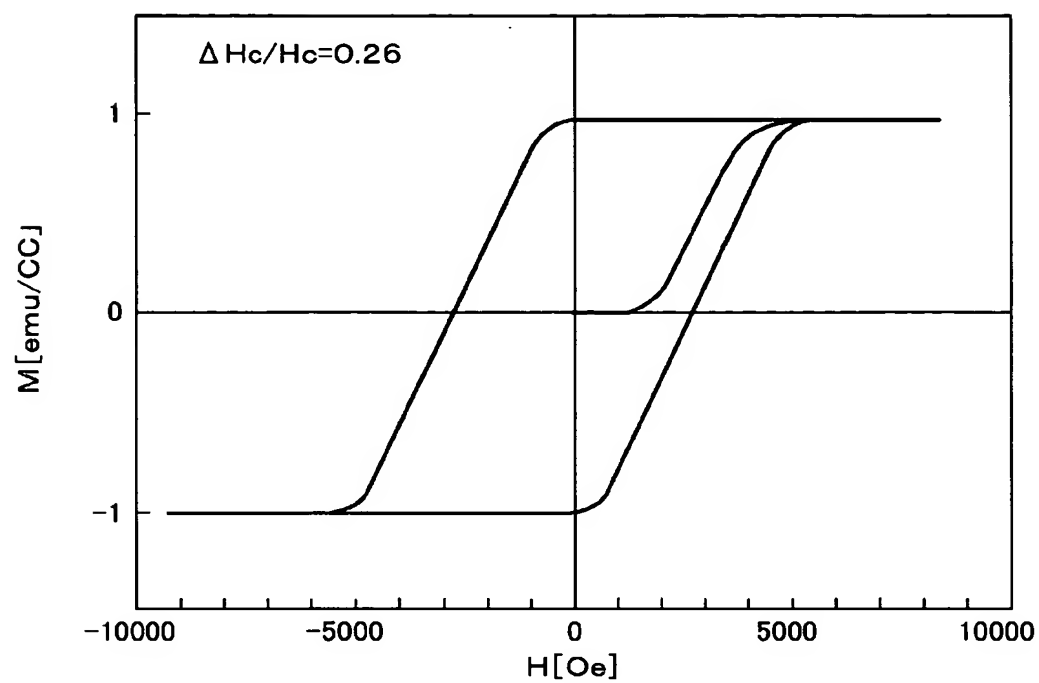


[図4]

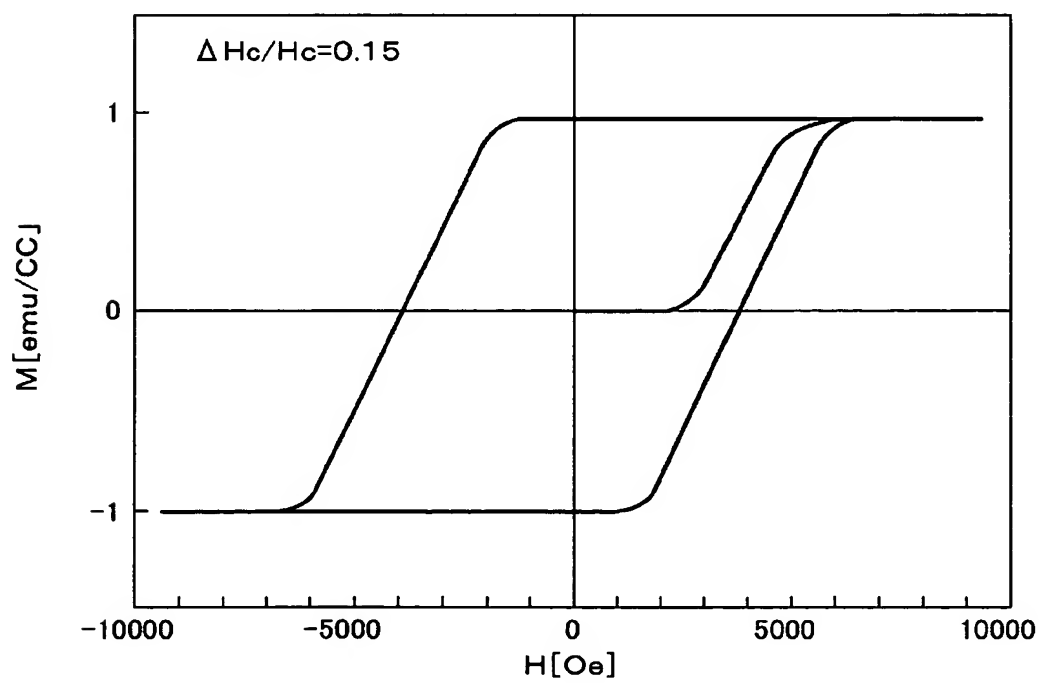


[図5]

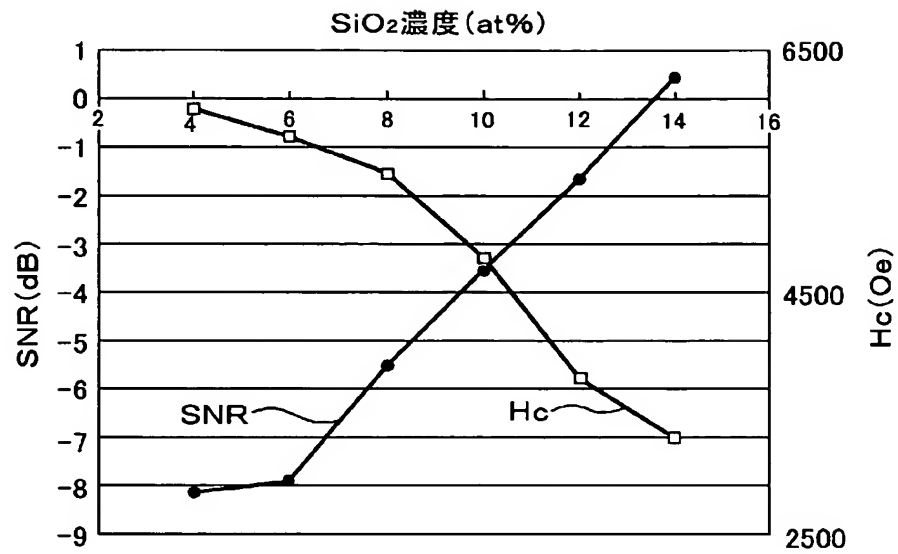
(a) 比較例1



(b) 実施例3



[図6]



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/011926

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl. <sup>7</sup> G11B5/66, 5/82, 5/851, H01F10/16, 4/118

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documents searched (classification system followed by classification symbols)

Int. Cl. <sup>7</sup> G11B5/62-5/82, G11B5/84, H01F10/00, H01F41/14-41/34

Documentation searched other than minimum documents to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Kbho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Kbho 1996-2005  
 Kokai Jitsuyo Shinan Kbho 1971-2005 Toroku Jitsuyo Shinan Kbho 1994-2005

Electronic database consulted during the international search (name of database and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2003-272121 A (Fuji Photo Film Co., Ltd.), 26 September, 2003 (26.09.03), Full text; all drawings (Family: none)	1 - 6
P, X	JP 2004-192711 A (Fuji Photo Film Co., Ltd.), 08 July, 2004 (08.07.04), Full text; all drawings (Family: none)	1 - 6
P, X	JP 2004-310910 A (Showa Denko Kabushiki Kaisha, et al.), 04 November, 2004 (04.11.04), Par. Nos. [0176] to [0184] & wo 2004/090874 A1	1 - 6



Further documents are listed in the continuation of Box C



See patent truly annex

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

19 August, 2005 (19.08.05)

Date of mailing of the international search report

06 September, 2005 (06.09.05)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/JP2005/011926

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons



Claims Nos

because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely

2 ☐

Claims Nos

because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically

3 ☐

Claims Nos

because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(b)

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows

Claims 1-5 relate to a perpendicular magnetic recording disk.  
Claim 6 relates to a process for producing a perpendicular magnetic recording disk.

As in claim 1 it is not expressly mentioned that the ferromagnetic layer contains cobalt, claim 1 and claim 6 do not satisfy the relationship between a product and a process for producing the product.

1 ☐

As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims

2 ☒

As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee

3 ☐

As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos

4 ☐

No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims, it is covered by claims Nos

Remark on Protest



The additional search fees were accompanied by the applicant's protest



No protest accompanied the payment of additional search fees



## 国際調査報告

国際出願番号 PCT/J P 2005/011926

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

H01F10/16, 41/18

## B. 調査を行った分野

## 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

G11B5/62-5/82, G11B5/84, H01F10/00, H01F41/14-41/34

## 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1992-19	96年
日本国公開実用新案公報	1971-2005	年
日本国実用新案登録公報	1996-2	005年
日本国登録実用新案公報	1994-2	005年

## 国際調査で利用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー	引用文献名 及び一部の箇所が関連するとき、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	J P 2003-272121 A (富士写真フイルム株式会社) 2003. 09. 26, 全文、全図 (ファミリーなし)	1-6
P, X	J P 2004-192711 A (富士写真フイルム株式会社) 2004.07.08, 全文、全図 (ファミリーなし)	1-6
P, X	J P 2004-310910 A (昭和電工株式会社、外1名) 2004.11.04, 段落 [0176] - [0184] & WO 2004/090874 A1	1-6

C欄の続きにも文献が列挙されている。

F パテントファミリーに関する別紙を参照。

## H 引用文献のカテゴリー

- 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日後に公表されたもの
- 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
- 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

## I 日の後に公表された文献

- 「IT」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
- 「IX」 特に関連のある文献であって、当議文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「IY」 特に関連のある文献であって、当議文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによつて進歩性がないと考えられるもの
- 「&」 同一パテントファミリー文献

## 国際調査を完了した日

19.08.2005

## 国際調査報告の発送日

(代) 9.2006

## 国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)  
郵便番号 100-8915  
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

## 特許庁審査官 (権限のある職員)

馬場 慎

電話番号 03-3581-1101 内線 3551

5D

9743

## 第II欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見 (第1ページの2の続き)

法第8条第3項 (PCT17条(2)(a)) の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. ☒ 請求の範囲\_\_\_\_\_ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。  
つまり、
2. ☐ 請求の範囲\_\_\_\_\_ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. ☒ 請求の範囲\_\_\_\_\_ は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

## 第III欄 発明の単一性が欠如しているときの意見 (第1ページの3の続き)

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるが、この国際調査機関は認めた。

請求の範囲1-5は、垂直磁気記録ディスクに関するものである。

請求の範囲6は、垂直磁気記録ディスクの製造方法に関するものである。

請求の範囲1において、強磁性層がコバルトを含有する旨が明記されていないので、請求の範囲1と請求の範囲6とは、生産物及びその生産物のための製造方法の関係を満たしていない。

1. ☒ 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求の範囲について作成した。
2. ☒ 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求の範囲について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. ☒ 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求の範囲のみについて作成した。
4. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求の範囲について作成した。

## 追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

☒ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあった。

☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがなかった。